

## ACTIVATION REACTION EVAPORATING APPARATUS

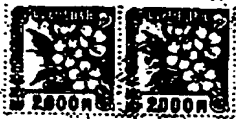
**Patent number:** JP52023579  
**Publication date:** 1977-02-22  
**Inventor:** KOMIYA MUNEHARU; others: 01  
**Applicant:** ULVAC CORP  
**Classification:**  
- international: C23C13/08; C23C13/04  
- european:  
**Application number:** JP19750099793 19750819  
**Priority number(s):**

### Abstract of JP52023579

**PURPOSE:** An activation reaction evaporating apparatus which efficiently performs ionization of metal vapors and electrolytic dissociation of reactive gas.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan



特 許 願 (B) 第 52 センシ

(2000円)

昭和 50 年 7 月 19 日

特許庁長官 殿

1. 発明の名称

カアセイカ ヘンノサツキョウキョウサツ  
活性化反応蒸着装置

2. 発明者

トクモト電気  
東京都世田谷区等々力 2-1-59-7

小 宮 家 治

(ほか 2 名)

3. 特許出願人

神奈川県茅ヶ崎市萩原 3500 番地

ニホンコウギツキ  
日本真空技術 株式会社

代表者 林 主 義

(ほか 2 名)

4. 代理人

東京都港区新橋 3 丁目 16 番 1 ユニクスビル 703

6002 弁護士 北 村 欣

(ほか 3 名)

方式 ①

特許庁  
50.7

明 細 書

1. 発明の名称

活性化反応蒸着装置

2. 特許請求の範囲

内部を炭化水素ガス或は窒素ガスその他の反応ガスの比較的高真空の雰囲気中に保有される処理室内に電子銃の出力電子ビームで照射されるるつば内の金属から成る蒸発源と、これに対向するサブストレートとを動作電源の正極と負極とに接続させて設け、該電子ビームにより該金属の蒸発と、該蒸発により生ずる金属蒸気粒子のイオン化とを行なわせると共に前記した反応ガスの電離を行なわせて該蒸気粒子を該電離される反応ガスの炭素成分或は窒素成分と化学反応させつつサブストレート上に吸引被着させるようにした式のもののにおいて該電子銃として中空熱陰極型の電子銃を使用することを特徴とする活性化反応蒸着装置。

3. 発明の詳解を説明

本発明は主としてサブストレート上に金属炭

⑩ 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 52-23579

④公開日 昭 52.(1977) 2.22

②特願昭 50-99793

②出願日 昭 50.(1975) 8.19

審査請求 未請求 (全 4 頁)

庁内整理番号

7128 42  
7128 42  
6816 41

⑤日本分類

157D061  
12 A25  
200E0

⑥Int.Cl<sup>2</sup>

C23C 13/08  
C23C 13/04

化物或は窒化物、特に Ox 炭化物或は Ox 窒化物の被膜を形成させるに適合する活性化反応蒸着装置に関する。

従来この種装置としては例えばバンシヤ (Ban-shah) 法による式のもの知られるが、この場合電子銃は高電圧小電流で動作する高圧式電子銃から成るもので、出力電子ビームが比較的小幅であるため、金属蒸気粒子のイオン化及び炭化水素ガスその他の反応ガスの電離を有効に行なわせるためには、サブストレートと蒸発源との中間の空間内に別個に補助電極たるプローブを設置するを要し、解着が困難となると共に作動が比較的非効率であるを免れない等の欠点を伴う。

本発明はかかる不都合を無くした装置を得ることをその目的としたもので、内部を炭化水素ガス或は窒素ガスその他の反応ガスの比較的高真空の雰囲気中に保有される処理室内に電子銃の出力電子ビームで照射されるるつば内の金属から成る蒸発源と、これに対向するサブストレート

⑨日本国特許庁  
公開特許公報

⑩特許出願公開  
昭53—60605

⑤Int. Cl.<sup>1</sup> 識別記号 ⑥日本分類 庁内整理番号 ⑦公開 昭和53年(1978)5月31日  
G 11 B 5/70 # 1 0 9 102 E 110 6835—55  
G 11 B 5/84 1 0 2 102 E 110.21 6835—55 発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 8 頁)

④磁気記録媒体

①特 願 昭51—135195  
②出 願 昭51(1976)11月12日  
③発 明 者 鈴木正昭  
小田原市扇町2丁目12番1号  
富士写真フイルム株式会社内

④発 明 者 白幡龍司  
小田原市扇町2丁目12番1号  
富士写真フイルム株式会社内  
⑤出 願 人 富士写真フイルム株式会社  
南足柄市中沼210番地  
⑥代 理 人 弁理士 内田明 外1名

明 細 書

1 発明の名称 磁気記録媒体

2 特許請求の範囲

非磁性支持体上に磁性粉末およびバインダーを含んでなる一層以上の磁気記録層、その上に斜め電解蒸着法により設けた0.05～1μの強磁性金属薄膜からなることを特徴とする磁気記録媒体。

3 発明の詳細な説明

本発明は改良された磁気記録性能を有する重層磁気記録媒体に関するものである。

従来、磁気記録媒体としては、一般に強磁性粉末とバインダーとを主成分とする帆布型の磁気記録層を有するものが使用されてきた。しかし、この媒体は磁気記録層内に非磁性部分を大きく有する為に磁気記録密度を上げられない欠点を有していた。

この欠点を改良する為に、磁気記録層として強磁性金属薄膜を用いる方法を本発明者等は種々検討してきた。強磁性金属薄膜を形成する場

合、その方法としては電気メッキ、化学メッキ、無電解メッキ等のメッキ法、真空蒸着、スパッタリング等のペーパードポジション法がよく知られている。本発明者等は電気および化学メッキ法を用いる方法として、特公昭41—5301号、同41—20386号、同43—25892号、同44—11264号、同44—6309号、同44—9490号、同44—15507号、同47—18038号、同48—33161号、特開昭49—14326号、同49—45703号、同49—57394号等公報記載の方法を、無電解メッキ液を用いる方法として特開昭49—15999号、同50—75004号、同50—115507号、同50—116530号公報、特開昭49—126364号、同50—125915号明細書記載の方法を提案した。真空蒸着法を用いる方法として特開昭50—75005号、同50—123304号等公報記載の方法を提案した。更に本発明者等は磁気記録層として用いるのにより適した金属薄膜形

成法として、ペーパーポジション法の応用であるイオンブレイティング法、電界蒸着法についても提案した。イオンブレイティング法を用いる方法として特開昭50-35806~35812号、同50-115508号、同50-119609号等公報記載の方法を、また電界蒸着法を用いる方法として特開昭50-61628号明細書記載の方法を提案した。

これらの方法により得られた強磁性金属薄膜を磁気記録層として有する磁気記録媒体は特に短波長の記録に適している。しかし、長波長の記録をも行なう為に充分な厚さまで強磁性金属薄膜を設けようとすると、磁気的特性の劣化、支持体との密着低下、表面平滑性低下、コストアップ等の弊害が生じ、上記に提案した方法のみでこれらの問題を解決するのは困難である。

このような問題点を解決し、改良された磁気記録性能を有する磁気記録媒体を製造する方法として、二層以上の磁気記録層を有する重層磁

布型の磁気記録媒体も提案されており、特公開37-2218号、同59-25478号、特開昭47-51402号、同47-57903号、同48-51907号、同50-51804号公報、米国特許第2643130号、同2647954号、同2941901号、同3676217号、DT-AB1190985号、同1258072号明細書等に記載の方法がこれに当たる。重層磁気記録媒体のうち、特に最上層を強磁性金属薄膜とする場合には下記の利点が挙げられる。

- ① 強磁性金属薄膜はヘッドの磁く近傍に位置しヘッド磁界を有効に利用できるため、抗磁力を比較的大きくしても従来通りの記録電流で十分な磁気記録ができ短波長記録に適する。また消去ヘッドによる磁気消去も十分に行なうことができる。
- ② 強磁性金属薄膜は最大残留磁束密度が高いため薄い厚さで用いることができ、散布型の磁気記録層がヘッドから離れる為のスペー

シングロスを小さくできる為、散布型の磁気記録層の有する特性を従来通りの記録再生方法で十分に引き出すことができる。

- ③ 可能な磁気記録のレベルを高くすることができ、オーディオ信号の録音においてはMOL（最大出力レベル）が、ビデオ信号の録音においては飽和出力が大きくなる。
- ④ ヘッドに対する耐摩耗性が改良される。
- ⑤ 散布型磁性層の加圧減磁が改良される。
- ⑥ 磁気記録テープとした場合、折り曲げに対する抗力が大きくなり、走行耐久性が向上し、テープの巻きみだれ等による故障が少なくなる。
- ⑦ 帯電によるごみの付着やノイズの発生が減少する。
- ⑧ 粉落ち等によるヘッドの汚れが少なくなる。
- ⑨ 磁気記録テープとした場合、テープ伸びによるワウフラッターやテープ振動を防止できる。
- ⑩ 強磁性金属薄膜は薄くて十分な効果を有す

る為に比較的安価に製造することができる。

強磁性金属薄膜を散布型の磁気記録層上に設けて上記の利点を得るためには、強磁性金属薄膜表面の平滑性が良くなければならず、また下の層との密着性が良くなければならない。例えば通常の強磁性粉末とバインダーとより成る散布型の磁気記録層上に、密着改良のためにアンカー効果を付与するエッチングを行ない、表面活性化処理した後、強磁性金属薄膜を無電解メッキする方法によつては平滑な表面が得られないばかりでなく、強磁性金属薄膜の下層との密着も応々にして不十分になり、また強磁性金属薄膜を蒸着で設ける方法によつても、一般に強磁性金属薄膜の下層との密着は不十分であり、上記の利点は得られない。

本発明者等は、最上層を強磁性金属薄膜とした重層磁気記録媒体の前記の利点を十分に生かすことのできる磁気記録媒体を提供すべく研究を重ねた結果、非磁性支持体上に散布型磁気記録層を設け、その上に斜め電解蒸着法により強

磁性金属薄膜を設ければよいことを見出して本発明に到達したものである。

電界蒸着とは  $10^{-4} \sim 10^{-5}$  Torr の真空中において、膜として形成せしめたい強磁性金属を蒸発源より蒸発せしめ、その蒸気の一部を電子ビームを照射する方法等によつてイオン化し、蒸発源に対し負に印加した基体上に磁性薄膜を析出せしめるもので、イオン化した蒸発粒子が蒸発源と基体の間に生じた電界により加速され基体面に到達して析出し薄膜を形成するのである。本発明の場合のように基体为非導電性の場合には陰極板に基体を密接触させるなり、基体面上方に蒸発源と相対してグリッド状の陰板を設置する等して電界蒸着を行なうのが有効である。さらに斜め電界蒸着法とは基体を強磁性金属の蒸発ビームに対して傾斜させて配置し蒸発ビームを基体に斜めに入射させて電界蒸着を行なう方法で、磁性特性が極めて優れていると共に、磁性粉とバインダーから成る磁性層上に密着性の著しく良好な磁性金属層を設ける事がで

きるものである。特に磁気記録媒体の最上層に要求されるような抗磁力を有し、且つ充分な密着力を有する磁性金属層を形成させるには非磁性支持体上に磁性粉末およびバインダーを含んで成る一層以上の磁気記録層を設けたものを基体として、その基体面への強磁性金属の蒸発ビームの入射角が  $50^\circ$  以上となるようにすると共に、基体及び蒸発源の間の電界が  $5 \text{ kV/cm}$  以上となるようにして電界蒸着するのが好ましい。ここで入射角とは基体面の法線と強磁性金属の基体面への入射蒸発ビームのなす角度のことである。最上層に設ける強磁性金属層の厚さは一般には  $0.05 \sim 1 \mu\text{m}$  が良く、特に好ましいのは  $0.05 \sim 0.5 \mu\text{m}$  である。この厚さに強磁性金属層を設けるならば、上記の重層磁気記録媒体において特に最上層を強磁性金属薄膜とした場合の利点が充分に発揮されるものである。

さらに磁気記録媒体の用途に応じて磁性粉末およびバインダーを含んでなる下層を2層以上の構成にして重層磁気記録媒体としての特性を

より一層向上させることもできる。本発明に用いられる強磁性金属としては、鉄、コバルト、ニッケルその他の強磁性金属あるいは Fe-Co、Fe-Ni、Co-Ni、Fe-Ni、Fe-Rh、Fe-V、Fe-Cu、Fe-Au、Co-P、Co-V、Co-Si、Co-Ti、Co-La、Co-Ce、Co-Pr、Co-Sm、Co-Mn、Co-Pt、Ni-Cu、Co-Ni-Fe、Co-Ni-Al、Co-Ni-Zn、Co-Si-Al、Fe-Ni-Cu、Fe-Si-Al、Mn-Bi、Mn-Sb、Mn-Al のような磁性合金がある。

本発明の下層を形成する磁気記録層は強磁性粉末と結合剤、分散剤、粘着剤等を有機溶媒を使用して混練し、磁性塗料とし、非磁性の支持体上に塗工して得られる。

下層に使用する強磁性粉末としては、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、Co 含有の  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 、Co 含有の  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、Co-Ni-P 合金、Co-Ni-Fe 合金等、公知の強磁性粉が使用でき、具体的には特公昭 44-14090 号、同 45-18372 号、同 46-28466 号、同 46-58755 号、同 47-4284 号、同 47-12422 号、同

47-17284 号、同 47-18509 号、同 47-18573 号、同 47-22062 号、同 47-22513 号公報等に記載されている。

本発明に使用されるバインダーとしては従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂又は反応型樹脂やこれらの混合物が使用される。

熱可塑性樹脂としては軟化温度が  $150^\circ\text{C}$  以下、平均分子量が  $10000 \sim 200000$ 、重合度が約  $200 \sim 2000$  程度のもので、例えば塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル塩化ビニリデン共重合体、塩化ビニルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、アクリル酸エステルステレン共重合体、メタクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、メタクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、メタクリル酸エステルステレン共重合体、ウレタンエラストマー、ポリオキシビニル、塩化ビニリデンアクリロニトリル共重合体、ブタジエンアクリロニトリル共重

合体、ポリアミド樹脂、ポリビニルブチラール、セルロース誘導体（セルロースアセテートブチレート、セルロースダイアセテート、セルローストリアセテート、セルロースプロピオネート、ニトロセルロース等）、ステレンブタジエン共重合体、ポリエステル樹脂、クロロビニルエーテルアクリル酸エステル共重合体、アミノ樹脂、各種の合成ゴム系の熱可塑性樹脂及びこれらの混合物等が使用される。

これらの樹脂の例示は特公昭37-4877号、同39-12528号、同39-19282号、同40-5349号、同40-20907号、同41-9443号、同41-14059号、同41-16985号、同42-4428号、同42-11421号、同43-4463号、同43-15204号、同44-2889号、同44-17947号、同44-18252号、同45-14020号、同45-14500号、同47-18573号、同47-22063号、同47-22064号、同47-

22068号、同47-22069号、同47-22070号、同48-27886号公報、米国特許3144352号；同3412420号；同3492789号；同3715887号明細書に記載されている。

熱硬化性樹脂又は反応型樹脂としては織布液の状態で200000以下の分子量であり、織布、乾燥後に添加することにより、縮合、付加等の反応により分子量は無限大のものとなる。又、これらの樹脂のなかで、樹脂が熱分解するまでの間に軟化又は溶融しないものが好ましい。具体的には例えばフェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン硬化型樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキッド樹脂、シリコン樹脂、アクリル系反応樹脂、高分子量ポリエステル樹脂とイソシアネートプレポリマーの混合物、メタクリル酸塩共重合体とジイソシアネートプレポリマーの混合物、ポリエステルポリオールとポリイソシアネートの混合物、尿素ホルムアルデヒド樹脂、低分子量グリコール/高分子量ジオ-

ール/トリフェニルメタントリイソシアネートの混合物、ポリアミン樹脂及びこれらの混合物等である。

これらの樹脂の例示は特公昭39-8105号、同40-9779号、同41-7192号、同41-8014号、同41-14275号、同42-18179号、同43-12081号、同44-28023号、同45-14501号、同45-24902号、同46-13103号、同47-22065号、同47-22066号、同47-22067号、同47-22072号、同47-22073号、同47-28045号、同47-28048号、同47-28922号公報、米国特許3144353号；同3320090号；同3432510号；同3592273号；同3781210号；同3781211号明細書に記載されている。

分散剤としてはカプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノ-

ル酸、リノレン酸、ステアロール酸等の炭素数12~18個の脂肪酸（ $R_1COOH$ 、 $R_1$ は炭素数11~17個のアルキル基）；前記の脂肪酸のアルカリ金属（Li、Na、K等）またはアルカリ土類金属（Mg、Ca、Ba）から成る金属石鹸；レシテン等が使用される。その他に炭素数12以上の高級アルコール、およびこれらの他に硫酸エステル等も使用可能である。これらの分散剤は結合剤100重量部に対して1~20重量部の範囲で添加される。

例としては、特公昭39-28349号、同44-17945号、同48-15001号公報、米国特許3582993号；同3470021号明細書等に記載がある。

潤滑剤としてはシリコンオイル、カーボンブラック、グラファイト、カーボンブラックグラフトポリマー、二硫化モリブデン、二硫化タングステン、炭素数12~16個の一塩基性脂肪酸と炭素数5~12個の一価のアルコールからなる脂肪酸エステル類、炭素数17個以上の一

塩基性脂肪酸と脂肪酸の炭素数と合計して炭素数が21～23個と成る一価のアルコールから成る脂肪酸エステル等が使用できる。これらの溶解剤は融合剤100重量部に対して0.2～2.0重量部の範囲で添加される。これらについては特公昭43-23889号公報、特願附42-28447号、特願附43-81543号等の明細書、米国特許3470021号；同3492235号；同3492411号；同3523086号；同3625760号；同3630772号；同3634253号；同3642539号；同3682725号明細書；"IBM Technical Disclosure Bulletin" Vol. 9, no 7, Page 779 (1966年12月)；"ELEKTRONIK" 1961年、No 12, Page 380等に記載されている。

溶解、塗布の際に使用する有機溶媒としては、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン系；メタノール、エタノール、プロパノール、ブタ

ノール等のアルコール系；酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル、乳酸エチル、酢酸グリコールモノエチルエーテル等のエステル系；エーテル、グリコールジメチルエーテル、グリコールモノエチルエーテル、ジオキサン等のグリコールエーテル系；ベンゼン、トルエン、キシレン等のタール系（芳香族炭化水素）；メチレンクロライド、エチレンクロライド、四塩化炭素、クロロホルム、エチレンクロロヒドリン、ジクロロベンゼン等の塩素化炭化水素等のものが使用できる。

磁気記録層の形成は上記の組成で有機溶媒に溶解し、塗布溶液として支持体上に塗布する。

支持体の形態はフィルム、テープ、シート、ディスク、ドラム等いずれでも良く、形態に応じて種々の材料が選択される。

テープとして使用する場合には支持体は厚み2～100μ程度、好ましくは5～40μ程度がよい。この支持体は素材としてはポリエチレンテトラフレート、ポリエチレン-2,6-ナフ

タレート等のポリエステル類、ポリプロピレン等のポリオレフィン類、セルローストリアセテート、セルロースダイアセテート等のセルロース誘導体、ポリカーボネートなどのプラスチック、Cu、Ag、Znなどの非磁性金属、ガラス、磁器、陶器等のセラミックなどが使用される。

支持体上へ前記の磁気記録層を塗布する方法としてはエアードクターコート、ブレードコート、エアナイフコート、スライズコート、含浸コート、リベアスロールコート、トランスフアーロールコート、グラビヤコート、キャストコート、スプレイコート等が利用でき、その他の方法も可能であり、これらの具体的説明は明倉書店発行の「コーティング工学」253頁～277頁（昭和46・5・20発行）に詳細に記載されている。

以上の方法によつて塗布された磁性記録層が乾燥する以前に磁性粒子を磁場中にて記録方向に配向せしめて、その方向に対する電磁変換特性を向上させる方法が知られており、既に実用化

されている（その技術の一例は特公昭40-5350号、同40-25624号、同40-23626号、同41-2065号、同43-21251号公報等）に示されている。）。。

上記の非磁性支持体は、フィルム、テープ、シート、薄型フレキシブルディスク等の可撓性支持体の場合は帯電防止、転写防止等の目的で、磁性層を設けた側の反対の面がいわゆるバックコート（backcoat）されていてもよい。

バックコートに關しては、例えば米国特許2804401号、同3293066号、同3612878号、同3062676号、同3734772号、同3476596号、同2643048号、同2803556号、同2882462号、同2923642号、同2992451号、同3002892号、同3041196号、同3116420号、同3166688号、同3761311号明細書等に示されている。

前記のそれぞれの磁性層の乾燥後の表面平滑化処理は塗布、乾燥後のカレンダーリング、塗布

後、乾燥前のスモースニングシートなどによつて行なわれる。

カレンダーリングの場合はメタルロールとコットンロールまたは合成樹脂（たとえばナイロン）ロールなどの2本のロールの間を通すスーパーカレンダー法によつて行なうのが好ましい。スーパーカレンダーの条件は約25～100 kg/cm、好ましくは50～70 kg/cmのロール間圧力で、約55～100℃、好ましくは40～80℃の温度で、5～120 m/minの処理速度で行なうのが好ましい。温度及び圧力がこれらの上限以上になると磁性層および非磁性支持体に悪影響がある。又、処理速度が約5 m/min以下だと表面平滑化の効果が得られず、約120 m/min以上だと処理操作が困難となる。

これらの表面平滑化処理については米国特許第2,688,567号；同2,998,525号；同3,783,023号；西独公開特許（DT-OS）2,405,222号明細書、特開昭49-53651号、同50-10557号公報などに記載

カーボンブラック  
(平均粒子サイズ: 40 $\mu$ m)

0.5部

酢酸ブチル

250部

次にこの上にコバルト膜を厚さが0.18 $\mu$ mとなるように電界斜め蒸着した。この時真空度は $2 \times 10^{-5}$  Torrとし99.99%のコバルトを270°側向銀電子ビーム蒸発源のヘースにチャージし、電界1.0 kV/cmを印加して上記磁性層上にそれぞれ50°、60°、70°の入射角にて電界斜め蒸着を実施した。入射角50°、60°、70°の試料をそれぞれA、B、Cとする。

#### 比較例-1

実施例-1で用いたポリエチレンテレフタレート支持体上に磁性層を塗布してなる試料の上に電界蒸着ではなく、電界を印加しない通常の真空蒸着法によつてコバルト膜を厚さが0.18 $\mu$ mとなるように斜め蒸着した。この時真空度は $2 \times 10^{-5}$  Torrとし99.99%のコバルトを高周波誘導加熱型蒸発源から、50°、60°、70°の入射角にて蒸着を行なつた。入射角50°、

されている。

以下に本発明を実施例により更に具体的に説明する。ここに示す成分、割合、操作順序等は、本発明の精神から逸脱しない範囲において変更しうるものであることは本業界に携わるものにとつては容易に理解されることである。

従つて、本発明は、下記の実施例に制限されるべきではない。尚、下記の実施例において部はすべて重量部を示す。

#### 実施例-1

下記の組成物を十分に混合、分散し下層磁性塗布液として厚味1.2 $\mu$ mのポリエチレンテレフタレート支持体上に乾燥厚味が5.8 $\mu$ mになるように塗布乾燥し、表面平滑処理した。

酸化鉄磁性粉末	100部
塩化ビニリデン樹脂 (塩化ビニル/塩化ビリデン: 87/13モル%, 重合度400)	20部
アクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体 (共重合比 6:4モル比)	15部
ジブチルフタレート	2部
レシチン	15部

60°、70°の試料をそれぞれD、E、Fとする。次に試料A、B、C、D、E、Fの強磁性金属薄膜の密着力をセロテープ剥離テストで調べた。密着力はセロテープ剥離テストの結果を10のランクに分離し、それぞれの試料について20回の測定を平均して求めた。密着力は数値の大きいものが良好で、6以上の値を示すならば磁気記録媒体として実用性があるものである。結果を下表に示す。

試料	密着力	試料	密着力
A	8.5	D	4.4
B	8.0	E	2.5
C	7.6	F	1.8

このように電界斜め蒸着によつて上層を形成せしめた場合には密着力が著しく良好であることが明らかである。

#### 比較例-2

実施例-1で示した組成物を十分に混合、分散し、磁性塗布液として厚味1.2 $\mu$ mのポリエ



レンテフタレート支持体上に乾燥厚味が60 $\mu$ mになるように塗布乾燥後、表面平滑処理を施し単層磁気記録媒体とした。この試料をOとする。

#### 比較例 - 3

厚味16 $\mu$ mの表面の平滑なポリエチレンテフタレート支持体上にコバルト膜を厚さ0.40 $\mu$ mとなるように電界斜め蒸着した。この時真空度は $2 \times 10^{-8}$  Torrとし99.99%のコバルトを270°偏向型電子ビーム蒸発源のハースにチャージし、電界10KV/cmを印加して上記支持体上に70°の入射角にて電界斜め蒸着を行なった。この試料をHとする。

試料O、F、G、Hを3.81mm幅にスリットしてオーディオテープとしての電磁変換特性を測定したところ下表のようであつた。電磁変換特性は磁気テープ工業会標準規格音声用カセットテープ試験方法MTB-102に準じて測定した。

試 料	磁 気 特 性		電 磁 変 換 特 性		
	抗 磁 力 (Gs)	残留磁束密度 (ガウス)	厚 度 ( $\mu$ B)	$\alpha$ 特 (dB)	MOL (dB)
C 上層 下層	5 4 0	1 5 0 0 0	2 0	5.0	2.5
	2 7 0	1 8 0 0			
F 上層 下層	4 5 0	1 4 2 0 0	磁気ヘッドによる強磁性金属層の剝離発生し測定不可		
	2 7 0	1 8 0 0			
G	2 7 0	1 8 0 0	0	0	0.2
H	5 4 0	1 5 0 0 0	- 1.5	4.0	- 1.2

このように本発明による重層磁気テープは強磁性金属層の密着が良好であり、且つ塗布磁性層単体の磁気テープより $\alpha$ 特MOLが良く、又強磁性金属層単体の磁気テープよりも感度、MOLが改善されるものである。

#### 比較例 - 4

下記の組成物を充分に混合、分散し、磁性塗布液として厚味22 $\mu$ mのポリエチレンテフタ

レート支持体上に乾燥厚味が6 $\mu$ mになるように塗布乾燥し表面平滑処理を施した。

酸化鉄磁性粉末	100部
塩化ビニリデン樹脂 (塩化ビニル/ビニリデン:67/13重量%,重合度400)	20部
ポリエステルポリウレタン (分子重約30000;アジピン酸、ジメチレンジメチル 及びブタンジオールからなるポリエステルとジフェニルメタン ジイソシアネートの反応生成物)	10部
トリアジンシアネート化合物 (8モルのトリアジンシアネートと1モルのトリメチロール プロパンの反応生成物の75重量%酢酸エチル溶液)	5部
ジブチルフタレート	2部
レ シ テ ン	2部
酢 酸 ブ テ ル	250部

この試料をIとする。

#### 実施例 - 2

比較例 - 4で作製した塗布型磁気記録媒体を基体としてその磁性層の上にCo-Ni-V膜を厚さが0.10 $\mu$ mとなるように電界の大きさを変化させて蒸着した。この時、真空度は $1 \times 10^{-8}$  TorrとしCo-Ni-V合金(Co:Ni:V=80:18:2重量

比)を電子ビーム蒸発源より入射角72°で蒸着させた。電界の大きさは0KV/cm(通常の真空蒸着に相当する)、5KV/cm、9KV/cm、12KV/cmとし、それぞれ試料J、K、L、Mを作製した。これらの試料について密着力を測定したところ下表のようであつた。

試 料	密 着 力
J	1.8
K	6.2
L	7.5
M	8.5

これから明らかなように電界を印加して斜め蒸着により上層を形成せしめた場合には密着力が著しく良好である。

#### 比較例 - 5

実施例 - 2の基体の代りに25 $\mu$ m厚の表面の平滑なポリエチレンテフタレート支持体を基体として同様にCo-Ni-V膜を厚さが0.25 $\mu$ mと

なるよう  $9 \text{ kV/cm}$  の電界を印加しつつ電界斜め蒸着して磁気記録体を製造した。この試料を  $\text{M}$  とする。

試料  $\text{I}$ 、 $\text{L}$ 、 $\text{M}$  を  $1/2$  インチ幅にスリットして磁気テープとして統一  $\text{I}$  形 VTR にて電圧変換特性を測定したところ下表のようであつた。

	磁 気 特 性		ビデオ出力 (dB)		
	抗磁力 (Gs)	残留磁束密度 (ガウス)	1 MHz	5 MHz	7 MHz
$\text{I}$	540	1020	0	0	0
L 上層	830	10000	0.8	2.8	4.5
L 下層	540	1020			
$\text{M}$	830	10000	-4.2	-0.2	4.2

このように本発明による重層磁気テープは塗布磁性層単体あるいは強磁性金属層単体の磁気テープに比してすぐれたビデオ出力特性を示し、密着も極めて良好である。

代理人 内 田 明

代理人 萩 原 亮 一